SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 7626.3:2014

Cara uji migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan – Bagian 3 : Plastik Polivinil Klorida (PVC), migrasi senyawa ftalat

ICS 67.250

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2014

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang Lingkup 1
2 Acuan normatif 1
3 Istilah dan definisi 1
4 Pengambilan contoh 2
Lampiran A (normatif) Simulan pangan, suhu dan waktu perendaman 6
Bibliografi 9

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2014

Prakata

Standar ini disusun untuk menyediakan metode uji migrasi senyawa ftalat dari plastik PVC, disusun dengan memperhatikan potensi bahaya dietil heksil ftalat (DEHP), diisodesil ftalat (DIDP), dan diisononil ftalat (DINP) yang banyak digunakan dalam plastik PVC untuk kemasan pangan. Ketiga senyawa ftalat ini dapat bermigrasi ke dalam pangan yang dikemas sehingga dikhawatirkan menimbulkan gangguan kesehatan.

Standar ini merupakan seri dari berbagai jenis bahan kemasan pangan seperti plastik, logam, keramik, kertas, karet, dan lain-lain.

Standar ini telah dibahas dalam rapat konsensus pada tanggal 14 November 2012 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, lembaga penelitian dan instansi terkait lainnya.

Standar ini disusun oleh Sub Panitia Teknis 67-02-S1 Kemasan Pangan dari Panitia Teknis 67-02: Bahan Tambahan Pangan dan Kontaminan.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada 31 Mei 2013 sampai dengan 30 Juli 2013 yang diperpanjang hinggan 30 Agustus 2013 dengan hasil akhir RASNI.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2014

Cara uji migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan plastik – Bagian 3 : Plastik Polivinil Klorida (PVC), migrasi senyawa ftalat

1 Ruang Lingkup

Standar ini dapat digunakan untuk uji migrasi spesifik zat kontak pangan senyawa Dietilheksil ftalat (*Diethylhexyl phthalate* / DEHP); Diisononil ftalat (*Diisononyl phthalate* / DINP); Diisodesil ftalat (*Diisodecyl phthalate* / DIDP) dari kemasan plastik Polivinil Klorida (PVC) menggunakan simulan pangan.

2 Acuan normatif

Untuk acuan tidak bertanggal berlaku edisi terakhir.

ISO 2859-1, *Sampling Procedures for Inspection by Attributes - Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection*.

3 Istilah dan definisi

3.1
batas migrasi
jumlah maksimum zat yang diizinkan berpindah ke dalam pangan atau simulan pangan

3.2
kemasan pangan
bahan yang digunakan untuk mewadahi dan/atau membungkus pangan baik yang bersentuhan langsung dengan pangan maupun tidak

3.3
migrasi
perpindahan suatu zat dari kemasan pangan ke dalam pangan atau simulan pangan

3.4
migrasi spesifik
perpindahan dari suatu zat kontak pangan tertentu dari kemasan pangan ke dalam simulan tertentu sesuai dengan jenis atau tipe pangan

3.5
plastik polivinil klorida (PVC)
Senyawa polimer rantai panjang yang dihasilkan dari polimerisasi monomer vinil klorida (vinyl chloride monomer - VCM)

3.6
simulan pangan
media yang digunakan untuk meniru karakteristik pangan tertentu

3.7
zat kontak pangan
setiap zat yang dimaksudkan untuk digunakan sebagai komponen bahan kemasan pangan yang digunakan dalam pembuatan, pengepakan, pengemasan, dan penyimpanan pangan, jika dalam penggunaannya tidak memberikan efek teknis terhadap pangan.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

4 Pengambilan contoh

Sesuai dengan ISO 2859-1.

5 Cara uji

5.1 Prinsip

Kandungan senyawa ftalat dalam simulan pangan yang ditetapkan menggunakan kromatografi gas pendeteksi ionisasi nyala (*flame ionozation detector* – FID) atau spektrofotometri massa (*mass spectrophotometry - MS*) untuk semua jenis simulan pangan

5.2 Bahan

a) Air suling,
b) Baku pembanding DINP, DIDP dan DEHP,
c) Baku internal Butil benzil ftalat (*Buthyl benzyl Phtalate* / BBP)
d) Sikloheksana,
e) Simulan pangan (etanol 10%, etanol 20%, etanol 50%, asam asetat 3%) disesuaikan dengan jenis pangan yang akan dikemas
f) Gas Nitrogen

5.3 Peralatan

a) gelas piala,
b) labu tentukur,
c) corong gelas,
d) pipet tetes,
e) termometer,
f) vial GC-MS,
g) *micro injection syringe* gelas,
h) oven,
i) Kromatografi Gas pendeteksi spektrometer massa (GC-MS),
j) Kromatografi Gas pendeteksi ionisasi nyala (GC-FID),
k) penangas air,
l) evaporator,
m) neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg

5.4 Prosedur

5.4.1 Persiapan pengujian

a) Sebelum dilakukan analisis, seluruh peralatan gelas dikeringkan dalam oven dan dibilas dengan aseton
b) Siapkan simulan pangan dalam jumlah secukupnya.
c) Siapkan sampel berupa kemasan pangan dari plastik PVC dalam keadaan bersih dengan jumlah secukupnya

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

5.4.2 Pembuatan larutan baku

5.4.2.1 Larutan baku stok

a) Timbang seksama 50 mg baku pembanding DEHP, DIDP, DINP
b) Masukkan dalam labu tentukur 50 mL
c) Tambahkan sikloheksana hingga tanda batas sehingga didapat larutan baku stok dengan kadar 1000 µg/mL
d) Larutan baku stok dapat digunakan selama 3 bulan dan disimpan dalam almari pendingin.

5.4.2.2 Larutan baku antara

a) Pipet sejumlah 5 mL masing – masing larutan baku stok DEHP, DIDP, DINP, dan masukkan ke dalam labu tentukur 50 mL
b) Encerkan dengan sikloheksana sehingga didapat larutan baku campuran dengan kadar 100 µg/mL
c) Larutan baku campuran dapat digunakan selama 1 bulan dan disimpan dalam almari pendingin

5.4.2.3 Larutan baku kerja

5.4.2.3.1 Untuk Kromatografi Gas pendeteksi spektrometer massa (GC-MS),

a) Pipet larutan baku antara sejumlah 50, 100, 250, 500, 1500 dan 5000 µL dan masukkan ke dalam labu tentukur 50 mL
b) Tambahkan sikloheksana hingga tanda batas sehingga diperoleh larutan baku kerja berturut-turut dengan kadar 0.1; 0.2; 0.5; 1; 3; 10 µg/mL
c) Lakukan Kromatografi Gas untuk masing-masing larutan baku dengan kondisi seperti pada larutan uji

5.4.2.3.2 Untuk Kromatografi Gas pendeteksi ionisasi nyala (GC-FID)

a) Pipet sejumlah 1; 2; 5; 15; 25 mL larutan baku antara dan masukkan ke dalam labu tentukur 25 mL
b) Tambahkan sikloheksana hingga tanda batas sehingga diperoleh larutan baku kerja berturut-turut dengan kadar 4; 8; 20; 60; 100 µg/mL
c) Lakukan Kromatografi Gas untuk masing-masing larutan baku dengan kondisi seperti pada larutan uji

5.4.3 Pembuatan larutan uji

a) Untuk sampel yang memiliki volume kecil (≤ 1L), masukkan simulan pangan sampai 0,6 cm dari permukaan atas.
b) Untuk sampel yang memiliki volume besar (> 1L), volume pengujian adalah 20% dari volume totalnya atau disesuaikan dengan kondisi sampel, diisi simulan pangan dengan ketinggian 1,56 cm dari dasar.
c) Untuk sampel berbentuk lembaran, untuk plastik lapis tunggal rendam sampel dengan simulan pangan sebanyak volume tertentu, dengan takaran volume 1,56 mL/cm^2 atau disesuaikan dengan sel migrasi satu sisi yang kontak langsung dengan pangan
d) Lakukan perendaman (inkubasi) pada suhu dan waktu tertentu, dipilih sesuai dengan peruntukan penggunaan seperti yang tercantum dalam Lampiran A.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

5.4.4 Penetapan Kadar Senyawa DEHP, DIDP, dan DINP dalam Simulan Pangan

1 Dengan **Kromatografi Gas pendeteteksi spektrofotometri massa**

a) Siapkan larutan simulan sesuai dengan langkah pada butir 5.4.3
b) Ambil 5 mL larutan dan evaporasikan dengan aliran nitrogen atau oven hingga didapat residu kering
c) Tambahkan 1 mL sikloheksana dan 1 mL larutan standar internal BBP dalam sikloheksana 1 µg/mL. Aduk hingga larut.
d) Masukkan residu ke dalam vial GC-MS dengan terlebih dahulu dilakukan penyaringan
e) Tutup vial dan letakkan dalam *autosampler* GC-MS.

Kondisi Pengujian

Injeksikan ke dalam instrumen GC-MS seri larutan baku dan larutan uji, dengan kondisi dan parameter GC-MS sebagai berikut :

Kolom	:	DB5 atau yang sejenis dengan ukuran 30 m x 0,25mm I.D. x 0,25µm df
Injeksi	:	*split* atau *splitless* 1 µl, oven track mode
Suhu kolom	:	50°C selama 1 menit, naikkan 30°C/menit hingga 290°C, naikkan 15°C/menit hingga 320°C tahan selama 5 menit
Gas pembawa	:	Helium, 1 mL/menit
Suhu jalur transfer	:	325°C
Deteksi	:	MS dalam mode SIM
Mode	:	*Pulsed split atau splitless*

Kondisi MS detector :

Analit/ m/z	DEHP	DINP	DIDP
Ion primer	149	149	149
Ion sekunder	279	293	307

2 Dengan Kromatogrfi Gas pendeteksi FID
a) Siapkan larutan simulan sesuai dengan langkah pada butir 5.4.3
b) Ambil 20 mL larutan dan evaporasikan dengan aliran nitrogen atau oven hingga didapat residu kering
c) Tambahkan 1 mL sikloheksana dan 1 mL larutan standar internal BBP dalam sikloheksana 1 µg/mL. Aduk hingga larut.
d) Masukkan residu ke dalam vial GC-FID dengan terlebih dahulu dilakukan penyaringan
e) Lakukan injeksi ke dalam GC-FID

Kondisi pengujian:
- Kolom : DB5 atau yang sejenis dengan ukuran 30 m x 0,25mm I.D. x 0,25µm df
- Suhu kolom : 50 °C selama 1 menit, naikkan 30 °C/menit hingga 290 °C, naikkan 15 °C/menit hingga 320 °C tahan selama 5 menit
- Suhu injektor : 250 °C
- Suhu detektor FID : 300 °C

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

5.4.5 Perhitungan

a) Buat kurva kalibrasi dan lakukan uji linearitas dengan menghitung nilai koefisien korelasi (r) sehingga diperoleh persamaan y = bx + a.
b) Tiap konsentrasi diinjeksi sebanyak tiga kali. Area puncak dari tiap konsentrasi tersebut dirata-rata
c) Hitung kadar masing-masing larutan uji menggunakan kurva kalibrasi.

5.4.6 Batas Migrasi

No	Senyawa Ftalat	Batas migrasi maks (µg/mL)
1	Ester asam ftalat, bis (2-etilheksil) (Dietilheksil ftalat – DEHP)	1,5
2	Diester asam ftalat, dengan cabang alkohol primer jenuh C8-C10, lebih dari 60% C9 (Diisononil ftalat – DINP)	9 (jumlah migrasi dari DINP dan DIDP)*
3	Diester asam ftalat, dengan alkohol primer jenuh C9-C11, lebih dari 90% C10 (Diisodesil ftalat – DIDP)	9 (jumlah migrasi dari DINP dan DIDP)*
Ket : *) Jumlah total dari nilai batas migrasi spesifik untuk sejumlah zat kontak pangan yang termasuk dalam grup tersebut, karena senyawa DINP dan DIDP merupakan senyawa campuran dari beberapa alkohol primer		

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A
(normatif)
Simulan pangan, suhu dan waktu perendaman

A.1 Simulan pangan

Tabel A.1 – Jenis simulan yang direkomendasikan sesuai dengan jenis pangan

TIPE PANGAN	SIMULAN PANGAN	SINGKATAN
Pangan yang mempunyai karakter hidrofilik dan dapat diekstrak menggunakan zat hidrofilik	Etanol 10% (v/v)	Simulan A
Pangan yang mempunyai karakter hidrofilik dan dapat diekstrak menggunakan zat hidrofilik: untuk pangan dengan pH < 4,5	Asam asetat 3% (b/v)	Simulan B
Pangan yang mempunyai karakter hidrofilik dan dapat diekstrak menggunakan zat hidrofilik : untuk pangan beralkohol dengan kandungan alkohol ≤ 20% dan pangan tersebut mengandung sejumlah bahan organik yang menyebabkan pangan lebih lipofilik	Etanol 20% (v/v)	Simulan C
Pangan yang mempunyai karakter lipofilik dan dapat diekstrak menggunakan zat lipofilik : untuk pangan beralkohol dengan kandungan alkohol > 20% dan untuk emulsi minyak dalam air	Etanol 50% (v/v)	Simulan D1

A.2 Waktu dan suhu perendaman

Tabel A.2 – Waktu Kontak

Waktu kontak pada kondisi penggunaan terburuk	Waktu perendaman
t ≤ 5 menit	5 menit
5 min < t ≤ 0,5 jam	0,5 jam
0,5 jam < t ≤ 1 jam	1 jam
1 jam < t ≤ 2 jam	2 jam
2 jam < t ≤ 6 jam	6 jam
6 jam < t ≤ 24 jam	24 jam
1 hari < t ≤ 3 hari	3 hari
3 hari < t ≤ 30 hari	10 hari
Diatas 30 hari	Lihat kondisi khusus

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Tabel A.3 – Suhu Kontak

Suhu kontak pada kondisi penggunaan terburuk	Suhu perendaman
T ≤ 5 °C	5 °C
5 °C < T ≤ 20 °C	20 °C
20 °C < T ≤ 40 °C	40 °C
40 °C < T ≤ 70 °C	70 °C
70 °C < T ≤ 100 °C	100 °C atau temperatur refluks
T > 175 °C	Sesuaikan suhu dengan suhu permukaan kontak dengan pangan sebenarnya

A.2.1 Kondisi khusus untuk waktu kontak diatas 30 hari pada suhu ruangan dan dibawah suhu ruangan

– Untuk waktu kontak diatas 30 hari pada suhu ruangan dan dibawah suhu ruangan sampel diuji dengan uji yang dipercepat pada suhu yang ditinggikan , maksimum 10 hari pada suhu 60 °C. Waktu uji dan kondisi suhu diperoleh berdasarkan rumus berikut ini:

$$t_2 = t_1 . Exp\left[\left(\frac{-Ea}{R}\right)\left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}\right)\right]$$

Keterangan:

Ea adalah energi aktivasi pada kasus terburuk, sebesar 80 kJ/mol;
R adalah faktor sebesar 8,31 J/Kelvin/mol;
t_1 adalah waktu kontak;
t_2 adalah waktu uji;
T_1 adalah suhu kontak, dinyatakan dalam Kelvin;
T_2 adalah suhu uji, dinyatakan dalam Kelvin;

– Uji 10 hari pada 20 °C mencakup semua waktu penyimpanan pada kondisi beku.
– Uji 10 hari pada 40 °C mencakup semua waktu penyimpanan pada kondisi di lemari pendingin dan kondisi beku termasuk pemanasan sampai 70 °C selama 2 jam, atau pemanasan sampai suhu 100 °C selama 15 menit.
– Uji 10 hari pada 50 °C mencakup semua waktu penyimpanan pada kondisi di lemari pendingin dan kondisi beku termasuk pemanasan sampai 70 °C selama 2 jam, atau pemanasan sampai suhu 100 °C selama 15 menit dan waktu penyimpangan sampai lebih dari 6 bulan pada suhu ruangan.
– Uji 10 hari pada 60 °C mencakup penyimpanan dalam jangka waktu lama diatas 6 bulan pada suhu ruangan dan dibawah suhu ruangan termasuk pemanasan sampai suhu lebih dari 70 °C selama 2 jam, atau pemanasan sampai suhu 100 °C selama 15 menit.
– Suhu uji maksimum diatur oleh suhu transisi fase polimer. Pada suhu uji, sampel uji tidak boleh mengalami perubahan fisik.
– Untuk penyimpanan pada suhu kamar waktu uji dapat dikurangi sampai 10 hari pada 40 °C jika ada bukti ilmiah yang menunjukkan bahwa migrasi masing-masing zat dalam polimer telah mencapai kesetimbangan pada kondisi pengujian.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

A.2.2 Kondisi khusus untuk kombinasi waktu kontak dan suhu

Jika kemasan pangan ditujukan untuk penggunaan dengan kombinasi waktu kontak dan suhu uji yang berbeda dengan Tabel A.2 dan Tabel A.3 maka uji dilakukan pada kondisi uji yang terburuk berdasarkan bukti ilmiah.

Jika kemasan pangan ditujukan untuk penggunaan kontak pangan dimana merupakan kombinasi berturut-turut dari dua atau lebih kombinasi waktu dan suhu, uji migrasi dilakukan untuk sampel uji berturut-turut untuk semua kondisi terburuk yang sesuai dengan sampel, menggunakan porsi simulan pangan yang sama.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

Badan POM RI. 2011. Peraturan Kepala Badan POM No. HK.03.1.23.07.11.6664 tentang Pengawasan Kemasan Pangan. BPOM, Jakarta.

Consumer Products Safety Commision (CPSC) United States. 2009. Test Method: CPSC-CH-C1001-09. Standard Operating Procedure for Determination of Phthalates. http://www.cpsc.gov/about/cpsia/ phthalatesop.pdf [17 Februari 2009]

European Commision (EU). 2001. Standard operation procedure for: Determination of release of phthalate plasticizers in saliva stimulant. http://ec.europa.eu/enterprise/chemicals/docs/ studies/phthalates3.pdf [25 Februari 2009

European Commission (EU), 2011, EU Regulation No 10/2011 on Plastic Materials and Articles Intended to Come Into Contact With Food.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"